

02P 10407



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 41 27 778 A 1**

⑤1 Int. Cl. 5:  
**G 01 N 23/223**  
G 01 N 23/222  
H 05 H 3/06  
H 05 G 1/00  
G 21 K 1/06

②1 Aktenzeichen: P 41 27 778.3  
②2 Anmeldetag: 22. 8. 91  
④3 Offenlegungstag: 5. 11. 92

DE 41 27 778 A 1

③0 Innere Priorität: ③2 ③3 ③1  
30.04.91 DE 41 14 205.5

⑦1 Anmelder:  
Picolab Oberflächen- und Spurenanalytik GmbH,  
8000 München, DE

⑦4 Vertreter:  
Lorenz, E.; Gossel, H., Dipl.-Ing.; Philipps, I., Dr.;  
Schäuble, P., Dr.; Jackermeier, S., Dr.; Zinnecker,  
A., Dipl.-Ing., Rechtsanwälte; Laufhütte, H.,  
Dipl.-Ing. Dr.-Ing., Pat.-Anw.; Ingerl, R., Dr.,  
Rechtsanw., 8000 München

⑦2 Erfinder:  
Huber, Anton, Dipl.-Phys., 8000 München, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenz- und Neutronenaktivierungsanalyse

⑤7 Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Totalreflexions-Röntgenfluoreszenz- (TRFA) oder Totalreflexions-Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA), bei der die glatte ebene Oberfläche einer Probe oder die Dünnschicht auf einer Probe durch die einfallende Röntgen- oder Neutronenstrahlung angeregt wird und die emittierte Röntgenfluoreszenzstrahlung bzw. Gammastrahlung spektral erfaßt wird, im wesentlichen bestehend aus einer Strahlungsquelle, einem Monochromator, einer Probenblende und einem Meßaufnehmer, beispielsweise einem Halbleiterdetektor. Zur Lösung der Aufgabe: eine Vorrichtung an die Hand zu geben, mit der Serienanalysen bezüglich ausgewählter Elemente unter optimalen Analysenbedingungen durchgeführt werden können, sind vier verschiedene Lösungen vorgesehen. Gemäß der ersten Lösung weist der Monochromator eine Schichtstruktur mit normaler Periodizität auf einem Kristallsubstrat auf. Eine zweite Lösung besteht aus einem einen Monochromator mit Schichtstrukturen mit normaler und lateraler Periodizität auf einem Kristallsubstrat. Gemäß einer dritten Lösung besteht der Monochromator aus einem Interkalat. Schließlich wird gem. einer vierten Lösung gezielt für Neutronen ein Monochromator an die Hand gegeben, der aus Schichtstrukturen mit ferromagnetischen Schichten besteht.

DE 41 27 778 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Totalreflexions-Röntgenfluoreszenz- (TRFA) oder Totalreflexions-Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA), bei der die glatte ebene Oberfläche einer Probe oder die Dünnschicht auf einer Probe durch die einfallende Röntgen- oder Neutronenstrahlung angeregt wird und die emittierte Röntgenfluoreszenzstrahlung bzw. Gammastrahlung spektral erfaßt wird, im wesentlich bestehend aus einer Strahlungsquelle, einem Monochromator, einer Streustrahlenblende und einem Meßaufnehmer.

Zur Durchführung oberflächenselektiver und oberflächensensitiver Untersuchungen an Festkörperoberflächen benötigt man Sonden von geringer Eindring- oder Ausdringtiefe. Geringe Eindringtiefen besitzen beispielsweise niederenergetische Elektronen und Ionen wegen ihrer intensiven Wechselwirkung mit Materie. Diese intensive Wechselwirkung mit Materie führt dazu, daß diese Sonden auch mit der Atmosphäre wechselwirken, in der sich die Probenoberfläche befindet. Deshalb können diese Sonden und damit auch die Proben nur in Ultra-Hochvakuumkammern analytisch eingesetzt werden. Sonden mit relativ geringer Wechselwirkung mit Materie, wie z. B. Röntgenphotonen und Neutronen, unterliegen diesen Einschränkungen nicht. Röntgenphotonen und Neutronen besitzen nämlich große Eindring- und Ausdringtiefen. Die großen Eindringtiefen derartiger Sonden lassen sich jedoch im Bereich von Oberflächen und Grenzflächen gezielt selektiv auf wenige nm reduzieren, wenn die Sonden so auf die Probenoberfläche fallen, daß sie externe Totalreflexion erfahren.

Eine externe Totalreflexion tritt auf, wenn Strahlung hinreichend flach auf glatte Oberflächen fester oder flüssiger, organischer oder anorganischer, amorpher, polykristalliner oder kristalliner Proben fällt und für diese Strahlung der Brechungsindex der betreffenden Materie kleiner ist als der des umgebenden Vakuums bzw. der umgebenden Atmosphäre. Für Röntgenphotonen und für Neutronen besteht im Brechungsindex kein maßgeblicher Unterschied zwischen Luft und Vakuum. Im folgenden kann deshalb ohne Einschränkung Vakuum auch durch Luft oder eine an der Gasatmosphäre ersetzt werden.

Der Brechungsindex  $n$  von Röntgenphotonen ( $n$ ) und Neutronen ( $n$ ) beträgt im Vakuum:

$$n_v = 1 \quad (1) \\ n_n = 1 \quad (2)$$

und in Materie:

$$n_v = 1 - \delta_v - i\beta_v \quad (3) \\ n_n = 1 - \delta_n - i\beta_n \quad (4)$$

mit:

$$\delta_v = \frac{b_v N \lambda_v^2}{2 \pi} \quad (5)$$

$$\delta_n = \frac{b_n N \lambda_n^2}{2 \pi} \quad (6)$$

In den vorstehenden Formeln ist  $\delta$  das dispersive Dekrement des Brechungsindex,  $\beta$  das absorptive Dekrement des Brechungsindex und  $b_v, n$  die kohärente Streulänge für Röntgenphotonen ( $v$ ) und Neutronen ( $n$ ). Das absorptive Dekrement  $\beta$  kann bei der Berechnung des Totalreflexionsgrenzwinkels vernachlässigt werden, da sowohl für Röntgenphotonen ( $v$ ) als auch für Neutronen ( $n$ )  $\delta > \beta$  ist.

Für die kohärente Streulänge von Röntgenphotonen gilt:

$$b_v = r_e Z \quad (7)$$

$r_e$  bezeichnet den klassischen Elektronenradius, der  $2,818 \times 10^{-15} \text{ m}$  beträgt.  $Z$  ist die Kernladungszahl der Atome der Materie.

Gleichung (7) gilt für  $\lambda_v < \lambda_{K\text{-Kante}}$  und näherungsweise für alle Wellenlängen  $\lambda$  abseits der Absorptionskanten.  $b_v$  ist monoton von  $Z$  abhängig. Es existieren Resonanzen in Abhängigkeit von  $\lambda_v$ .

$b_n$  bezeichnet die kohärente Streulänge der Neutron-Kern-Wechselwirkung.  $b_n$  ist stark isotonenabhängig. Darüberhinaus existieren auch noch Resonanzen in Abhängigkeit von  $I_A n$ .

In Ferromagneten ist  $b_n$  zu ersetzen durch  $(b_n + p_n)$ . Die Streulänge  $p_n$  beschreibt die magnetische Wechselwirkung. Wegen der Einstellung des magnetischen Moments des Neutrons bezüglich des magnetischen Moments der Hüllenelektronen der Materie ergeben sich positive und negative Werte.

Die Atomdichte der Materie  $N$  berechnet sich wie folgt:

$$N = \frac{N_A \rho}{A_r} \quad (8)$$

Hierin bezeichnet  $N_A$  die Avogadrokonstante ( $N_A = 6,0225 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ ),  $\rho$  ist die Dichte der Materie,  $A_r$  ist die relative Atommasse der Atome der Materie.

Für die Wellenlänge der Röntgenphotonen  $\lambda_v$  gilt:

$$\lambda_v[\text{nm}] = \frac{1.24}{E_v[\text{keV}]} \quad (9)$$

$E_v$  bezeichnet die Photonenenergie.

Die de Brogliewellenlänge der Neutronen  $\lambda_n$  ergibt sich aus:

$$\lambda_n[\text{nm}] = \frac{0.028}{\sqrt{E_n[\text{eV}]}}, \quad (10)$$

Hierin ist  $E_n$  die Neutronenenergie.

In der überwiegenden Zahl der Fälle ist der Brechungsindex für Materie  $n_v < 1$  und  $n_n < 1$ . Es tritt somit externe Totalreflexion auf, wenn der Einfallswinkel  $\Theta$  der Röntgenphotonen bzw. Neutronen kleiner als der kritische Winkel  $\Theta_c$  ist:

$$\Theta_c = \sqrt{2\delta} \quad (11)$$

Typische Werte von  $\Theta_c$  liegen bei  $0,5^\circ$ .

Für Einfallswinkel  $0 < \Theta < \Theta_c$  nimmt die Eindringtiefe  $L_{v,n}$  für Röntgen- und Neutronenstrahlen bis auf wenige nm ab. Der minimale Wert  $L_{\min}$  beträgt:

$$L_{\min,v,n} = \frac{1}{\sqrt{16 \pi b_{v,n} N}} \quad (12)$$

Die geringe Eindringtiefe bewirkt eine Oberflächenselektivität. Damit lassen sich auch Analysemethoden mit Röntgen- oder Neutronenstrahlen extrem oberflächenselektiv durchführen, obwohl diese Methoden üblicherweise nicht der Analyse der Probenoberfläche, sondern des Probeninneren dienen. Bei der Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA, engl. TXRF) und der Totalreflexions-Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) wird mit den streifend einfallenden Röntgenphotonen bzw. Neutronen selektiv die Oberfläche angeregt. Die an der Oberfläche angeregten Atome können unter Aussendung von Röntgenstrahlen (Fluoreszenzstrahlung) bzw. von Gammastrahlung in einen stabilen Zustand zurückkehren. Aus der Energie der Strahlung (Röntgen- bzw. Gammastrahlung) lassen sich die Probenatome chemisch identifizieren. Dies ermöglicht eine Multielementanalyse. Die Intensität der Strahlung ist ein Maß für die Anzahl der Probenatome. TRFA und TNAA stellen somit oberflächenselektive Analysenverfahren zur Bestimmung der Elementzusammensetzung von Oberflächen und dünnen Schichten dar.

Bereits aus der Veröffentlichung Y. Yoneda und T. Horiuchi, Rev. Sci. Instr. 42(1971)1069; P. Wobranschek und H. Aiginger, Anal. Chem. 47(1975)852 und der DE-OS 26 32 001, der US-PS 43 58 854 sind Vorrichtungen zur Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) bekannt. Röntgenquellen (Röntgenröhren) liefern polychromatische Röntgenstrahlung. Die Röntgenabsorption in der Probe zeigt starke Abhängigkeiten von der Röntgenenergie. Der Absorptionskoeffizient und damit die Anregung einer bestimmten Fluoreszenzstrahlung fällt oberhalb der entsprechenden Absorptionskante zu höheren Energien stark ab. Trotzdem muß, um eine selektive Anregung der Oberflächenatome (Totalreflexion) zu gewährleisten, der Einfallswinkel der Anregungsstrahlung so gewählt werden, daß für das Anregungsspektrum Totalreflexion gewährleistet wird. Wegen der Abhängigkeit von  $\lambda$  in Gleichung 5 bestimmt somit die kürzeste im Anregungsspektrum noch vorkommende Wellenlänge den kritischen Winkel  $\Theta_c$ , auch wenn diese kurzwelligen Anteile des Spektrums nur einen kleinen Beitrag zum Meßsignal liefern. Würde man von diesem Prinzip abweichen, so würde sich das Meßsignal des Analyten an der Oberfläche mit dem Meßsignal eines gleichartigen Elements aus dem Probeninneren überlagern. Dies würde das Ergebnis verfälschen, da die absolute Anzahl von Atomen selbst eines Elements mit geringer Konzentration im Probeninneren in der Regel wesentlich höher ist als die eines Analyten an der Oberfläche. Erstbekannte Meßanordnungen hatten den Nachteil, entweder den Einfallswinkel extrem klein wählen zu müssen oder neben der Oberflächenanregung auch noch eine Anregung des Probenvolumens in Kauf nehmen zu müssen. In den weiteren Entwicklungen wurde deshalb versucht, daß Anregungsspektrum unterhalb einer unteren praktisch gewählten Grenzwellenlänge abzuschneiden. Ein solches Abschneiden kurzwelliger Strahlung wurde durch Totalreflexion an polierten Quarzglasplatten erreicht (DE-PS 27 36 960, US-PS 44 26 717 und DE-PS 29 11 596).

Für die Nachweisgrenze des Analyseverfahrens ist letztendlich die Intensität von Untergrund und Meßsignal maßgebend. Da, insbesondere bei der Anregung von Röntgenphotonen, die anregende Strahlung nur zum kleinen Teil absorbiert wird und Fluoreszenzstrahlung liefert, zum größten Teil jedoch gestreut wird und damit zum Untergrund beiträgt, muß zur Verbesserung der Nachweisgrenze das Anregungsspektrum so gewählt werden, daß im Fluoreszenzspektrum der gesuchten Analyten keine Streustrahlung vom Anregungsspektrum auftritt. Andererseits soll das Anregungsspektrum möglichst auf die Absorptionskante der Analyten fallen, um ein intensives Meßsignal zu erhalten. In jüngerer Zeit wurde versucht, dieses Ziel durch monochromatische Anregung zu erreichen, wobei als Monochromatoren Einkristalle oder Multilayer verwendet wurden (A. Bohg und M. Briska, DE-OS 27 27 505 und US-PS 41 69 228; M. Brunel, Acta Cryst. A42(1986)304; R.S. Becker, J.A. Glovchenko und J.R. Patel, Phys. Rev. Lett. 50(1983)153; A. Iida und Y. Gohshi, Jpn. J. Appl. Phys. 23(1984)1543; A. Iida, K. Sakurai, A. Yoshinaga und Y. Gohshi, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A246(1986)736; C.T. Yap, R.E. Ayala

und P. Wobrauschek, X-Ray Spectrometry, 17(1988)171; P. Wobrauschek und P. Kregsamer, Spectrochimica Acta 44B(1989)453. Gemäß Literaturangaben (K. Taniguchi, S. Sumita, A. Saski, K. Nishihagi und N. Fujino, Abstracts 39th Annual Denver Conference on Applications of X-Ray Analysis, Steamboat Springs CO, 30.07. - 03.08.1990, S. 39; M. Schuster, Abstracts 39th Annual Denver Conference on Applications of X-Ray Analysis, Steamboat Springs CO, 30.07. - 03.08.1990, S. 40) lassen sich damit die Nachweisgrenzen gegenüber den Spektrometern mit einem Anregungsspektrum, das nur zur kurzwelligen Seite hin abgeschnitten ist, bis zu einem Faktor 10 verbessern.

Während Vorrichtungen zu Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) grundsätzlich bereits bekannt waren, sind derartige Vorrichtungen zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNA), gleich in welcher Ausführung bislang noch nicht beschrieben. Die physikalischen Aspekte der Totalreflexions-Röntgen-Fluoreszenz-Analyse gelten aufgrund von Gl 6 in analoger Weise auch für die Totalreflexionsneutronenaktivierungsanalyse.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es nun, eine Vorrichtung der eingangs angegebenen Art zu schaffen, die sich insbesondere für Serienanalysen bzgl. ausgewählter Elemente, z. B. solcher, die für einen Fertigungsprozeß besonders kritisch sind, unter Zugrundelegung optimaler Analysenbedingungen eignet.

Bei der Lösung dieser Aufgabe stellt sich bei den bekannten monochromatischen Anregungen das Problem, daß zwar die Elemente mit Absorptionskanten bzw. Resonanzen im Bereich der monochromatischen Anregungswellenlänge sehr gut angeregt werden und damit empfindlich nachgewiesen werden können (z. B. Y, Sr, Br, As bei Anregungen mit Mo-K $\alpha$ ; (Co), Fe, Mn, Cr, ... bei Anregung mit Cu-K $\alpha$ ; (Zn), Cu, Ni, Co, Fe, ... bei Anregung mit W-L $\beta$ ), jedoch die Elemente mit abseits gelegenen Absorptionskanten nur schlecht nachgewiesen werden können (z. B. P, S, Cl, Ca sowie Pd, Cd, In, Sn, ... Ba bei Anregung mit Mo-K $\alpha$ , Cu-K $\alpha$  oder W-L $\beta$ ).

Die zuvor gestellte Aufgabe wird gem. der vorliegenden Erfindung durch einen speziellen Aufbau des in der Analysenvorrichtung angeordneten Monochromators erreicht, der einen eng kollimierten Strahl einer, aber auch mehrerer, diskreter Wellenlängen auf die Probe lenken kann. Hierzu werden vier erfindungsgemäße Lösungen angegeben:

Die erste Lösung gem. Anspruch 1 besteht darin, daß der Monochromator Schichtstrukturen mit normaler Periodizität (Supergitter, inkohärente Multilayer und Legierungen mit modulierter Zusammensetzung (composition modulated alloys)) auf einem Kristallsubstrat aufweist. Es kommen hierfür Schichtstrukturen in Frage, die durch Aufdampfen, Aufputtern, Flüssigphasenepitaxie (LPE), metallorganische Gasphasenepitaxie (MOVPE), Molekularstrahlepitaxie (MBE), Atomlagenepitaxie (ALE) auf ein kristallines Substrat aufgebracht wurden: Von dem einkristallinen Substrat muß man fordern, daß es eine ebene polierte Oberfläche besitzt, die parallel zu den Netzebenen mit dem gewünschten  $d_S$ -Wert verläuft. Darüberhinaus ist eine Dicke erforderlich, die auch bei Spannungen zwischen Substrat und Schichtstruktur die Substratkrümmung auf weniger als  $0.002^\circ$  begrenzt. Wesentlich dabei ist, daß auf einem Substrat mit der Kristallperiodizitätslänge  $d_S$ , N Schichtfolgen mit der Periodizitätslänge  $d_M$  aufgebracht werden (Fig. 2a, 2b). Damit läßt sich simultan für zwei Wellenlängen Braggreflexion erzielen. Die kurze Wellenlänge wird an den Kristallnetzebenen reflektiert, die lange Wellenlänge an den Grenzflächen der Schichtstruktur. Soll beispielsweise die Probenoberfläche simultan mit Mo-K und Mo-L, angeregt werden, so läßt sich dies mit einer W/Si-Schichtenfolge auf einem Si (111) Substrat realisieren, wenn folgende Bedingungen erfüllt sind:

$$\lambda_{\text{Mo-K}\alpha} = 2d_S \sin \Phi_{S, \text{Mo-K}\alpha} \quad (13)$$

$$\lambda_{\text{Mo-L}\alpha\beta} = 2d_M \sin \Phi_{M, \text{Mo-L}\alpha\beta} \quad (14)$$

wobei

$$\Phi_{S, \text{Mo-K}\alpha} = \Phi_{M, \text{Mo-L}\alpha\beta} \quad (15)$$

Da  $d_S$  von Si (111) 0,314 nm beträgt, muß der Multilayer eine Periodizität  $d_M$  von 4,785 nm besitzen. Selbstverständlich kann der Monochromator auch so abgestimmt werden, daß außer Kombinationen von charakteristischen Linien des Anodenmaterials auch Kombinationen einer charakteristischen Linie und eines Bandes aus dem Bremsstrahlungsspektrum die Anregung bewirken.

Durch die Wahl des Schichtdickenverhältnisses  $d_{M1} : d_{M2}$  lassen sich höhere Beugungsordnungen der Schichtstruktur eliminieren, falls sie im Anregungsspektrum stören sollten. Bei einer Wahl von  $d_{M1} : d_{M2} = 1 : 1$  werden die 2., 4., 6., ... Beugungsordnung und damit die Wellenlängen

$$1/2 \lambda_{\text{Mo-L}\alpha\beta}, 1/4 \lambda_{\text{Mo-L}\alpha\beta}, 1/6 \lambda_{\text{Mo-L}\alpha\beta}, \dots$$

im Anregungsspektrum gelöscht.  $d_{M1} : d_{M2} = 1 : 2$  löscht die 3., 6., 9., ... Beugungsordnung und damit die Wellenlängen

$$\lambda_{\text{Mo-L}\alpha\beta}, 1/3 \lambda_{\text{Mo-L}\alpha\beta}, 1/9 \lambda_{\text{Mo-L}\alpha\beta}, \dots$$

im Anregungsspektrum, usw.

Durch die Anzahl der Schichtperioden N läßt sich der Anteil der Mo-L $\alpha\beta$  und Anteil der Mo-K $\alpha$ -Strahlung in weiten Grenzen steuern (J. H. Underwood und T. W. Barbee Jr., Topical Con. on Low Energy X-Ray Diagnostics,

Monterey CA, June 8–10, 1981, in AIP Conf. Proc. 75 (1981) 170; B. L. Henke, P. Lee, T. J. Tanaka, R. L. Shimabukuro, und B. K. Fujikawa, Atomic Data Nucl. Data Tables 27 (1982) 1). Unter Zugrundelegung des obigen Beispiels mit  $d_{M1} : d_{M2} = 1 : 1$  läßt sich im Bereich  $N = 0 \dots 50$  die Reflektivität des Multilayers für die Mo- $L_{\alpha\beta}$ -Strahlung zwischen 0 und 35% variieren, wobei die Reflektivität der Mo- $K_{\alpha}$ -Strahlung mit ca. 90% nahezu unverändert bleibt. Bei Erhöhung der Lagenzahl  $N$  auf 1000 erhöht sich die Reflektivität von Mo- $L_{\alpha\beta}$  geringfügig während die von Mo- $K_{\alpha}$  auf 2% zurückgeht.

Als Substratkristalle kommen insbesondere Si(111), Ge(111), GaAs(111), LiF(100) und Graphit in Frage. Die Substratkristalle sollen eine hohe Reflektivität besitzen, selbst keine störende Fluoreszenzstrahlung emittieren und chemisch stabil sein. Die Materialien für den die Schichtpaare der Multilayer sollen einen großen Unterschied im Brechungsindex aufweisen und keine störende Fluoreszenzstrahlung emittieren. Mo/ $B_4C$ -, Mo/C- oder Mo/Si-Schichtfolgen eignen sich zur Untersuchung kontaminierter Si-Probenoberflächen bei Anregung mit Mo- $K_{\alpha}$  und Mo- $L_{\alpha\beta}$ ; W/ $B_4C$ -, W/C- und W/Si-Schichtstrukturen bei Anregung mit W- $K_{\alpha}$ , W- $L_{\beta}$  und W- $L_{\alpha}$ .

Bevorzugte Ausführungsformen dieser ersten Lösung sind in den auf den Anspruch 1 zurückbezogenen Unteransprüchen angegeben.

Vorteilhaft ist es, wenn die Periodizitätslänge des Substrats  $d_S$  und der Schichtstruktur  $d_M$  so aufeinander abgestimmt sind, daß simultan zwei monochromatische Spektralanteile auf die Probe gerichtet werden können, um schwere und leichte Elemente optimal anregen zu können. Insbesondere die Wahl  $d_S/d_M = \lambda \text{ K-Strahlung} / \lambda \text{ L-Strahlung}$  bietet sich an. Unter Umständen kann es jedoch auch vorteilhaft sein, Teile des Bremsstrahlungsspektrums mit charakteristischer Strahlung zu kombinieren. Durch die Wahl der Lagenzahl  $N$  läßt sich das Intensitätsverhältnis der beiden monochromatischen Spektralanteile zueinander steuern.

Eine zweite Lösung der eingangs angegebenen Aufgabe ergibt sich aus Anspruch 9. Hier ist der Monochromator aus Schichtstrukturen mit normaler und lateraler Periodizität (Supergitter) auf einem Kristallsubstrat aufgebaut. Analog zu der zuvor diskutierten Lösung, bei dem Schichtstrukturen mit normaler Periodizität auf einem Kristallsubstrat angegeben wurden, läßt sich auch die laterale Periodizität der Schichtstruktur zusammen mit der Periodizität des Kristallsubstrats nutzen, um verschiedene "monochromatische" Anteile des Anregungsspektrums auf die Probe zu lenken. Der Vorteil einer solchen Periodizität gegenüber der zuvor diskutierten Lösung gem. Anspruch 1 und der darauf zurückbezogenen Unteransprüche besteht darin, daß selbst bei einer Schichtstruktur, die aus stark absorbierenden Materialien (für die langwellige Röntgen-Strahlung) besteht, viele lateral an der Oberfläche liegende Perioden zur Interferenz beitragen. Das liefert intensive scharfe Reflexe. Beispiele für die Ausführungsformen von Schichtstrukturen mit normaler und lateraler Periodizität sind in Fig. 3 dargestellt. Aus der Literatur sind AlAs/GaAs- und GaAs/GaAs $_{1-x}$ Sb $_x$ -Schichtstrukturen bekannt (vgl. D.A. Neumann, H. Zabel und H. Morkoc, J. Appl. Phys. 64(1988)3024; T. Fukui, H. Saito und Y. Tokura, Jpn. J. Appl. Phys. 27(1988) L1320; T. Fukui und H. Saito, Appl. Phys. Lett. 50(1987)824; T. Fukui und H. Saito, J. Vac. Sci. Technol. B6(1988)1373; J.M. Gaines, P.M. Petroff, H. Kroemer, R.J. Simes, R.S. Geels und J.H. English, J. Vac. Sci. Technol. 6(1988)1378), die zur Erzielung bestimmter elektronischer Eigenschaften mit MOVPE und MBE hergestellt wurden.

Die Lösung gem. Anspruch 9 erfährt eine bevorzugte Ausgestaltung im Unteranspruch 10.

Eine dritte Lösung der eingangs gestellten Aufgabe ergibt sich aus Anspruch 11. Gemäß dieser Lösung besteht der Monochromator aus einem Interkalat. Hierbei handelt es sich um Schichtstrukturen, die aus einem Graphitgitter bestehen, in das zwischen den Kohlenstoffatomebenen Atome, vorzugsweise Alkalimetalle (z. B. Li, Na, K, Rb, Cs) oder auch ganze Moleküle (z. B. FeCl $_3$ , AsF $_6$ ) eingelagert sind (vgl. M.S. Dresselhaus und G. Dresselhaus, Advances in Physics 30(1981)139; H. Zabel, Structure and Dynamics of Graphite Intercalation Compounds in Proc. Int. Conf. on Neutron Scattering, 19. – 23. August 1985, Santa Fe; H. Zabel, W.A. Kamitakahara und R.M. Nicklow, Phys. Rev. B26(1982)5919). Dies kann in verschiedenen Stufen erfolgen (vgl. Fig. 4). In Stufe 1 wechselt jeweils ein Graphitschicht mit einer Interkalatschicht ab. Bei Stufe 2 folgt nach 2 Graphitschichten jeweils eine Interkalatschicht, usw. (vgl. Fig. 3). Für die Anwendung der Interkalate als Monochromator in der Röntgenfluoreszenz-Analyse (TRFA) oder Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) gilt analog das zur ersten Lösung Ausgeführte.

Die Lösung gemäß Anspruch 11 wird nach dem Unteranspruch 12 bevorzugt ausgestaltet.

Die drei zuvor beschriebenen Arten von Monochromatoren lassen sich auch für Neutronen verwenden, wenn bei der Materialwahl die Neutronenstreuungen berücksichtigt werden und die Periodizitätslängen der de Brogliewellenlänge der Neutronenstrahlung angepaßt werden. Speziell für Neutronen ergibt sich noch eine vierte Lösung der eingangs gestellten Aufgabe gem. Anspruch 13 dadurch, daß der Monochromator aus Schichtstrukturen mit ferromagnetischen Schichten besteht. Bei der in Anspruch 13 gegebenen Lösung für die Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) bietet die magnetische Wechselwirkung der Neutronen in ferromagnetischen Materialien darüber hinaus die Möglichkeit, den Brechungsindex durch ein externes Magnetfeld senkrecht zum Streuvektor zu beeinflussen (beachte Gl 4 und 6 sowie  $b_n \rightarrow b_n + p_n$ ). Bei geschickter Wahl der Atomdichten  $N_1$  und  $N_2$  sowie der Streulängen  $b_1$ ,  $b_2$ ,  $p_1$  und  $p_2$  läßt sich die Reflektivität  $R=0$  für Spin-up und  $R \neq 0$  für Spin-down Neutronen erzielen. Dies ist die Basis für einen polarisierenden Neutronenmonochromator. Ein Beispiel hierfür stellt eine Fe/Ge-Schichtstruktur dar (vgl. Ch.F. Majkrzak, Appl. Opt. 23(1984)3524). Diese Lösung ist insbesondere durch die Unteransprüche 14 und 15 bevorzugt ausgestaltet.

Weitere Ausgestaltungen der vorher angegebenen Lösungen ergeben sich aus den Unteransprüchen 16 bis 26. Dabei betreffen die Unteransprüche 20 und 24 bis 26 jeweils bevorzugte Verfahren bei der Verwendung einer der erfindungsgemäßen Vorrichtungen.

Weitere Einzelheiten und Vorteile der vorliegenden Erfindung werden anhand der in den Figuren dargestellten Ausführungsbeispiele näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 eine Prinzipskizze einer ersten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung,

Fig. 2a den schematischen Gesamtaufbau des Monochromators nach einer bevorzugten Ausführungsform der

vorliegenden Erfindung,

Fig. 2b den schematischen Aufbau der Schichtstruktur des Monochromators gem. der in Fig. 2a dargestellten Ausführungsform,

Fig. 3 einen schematischen Gesamtaufbau des Monochromators nach einer anderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung,

Fig. 4 einen schematischen Aufbau des Monochromators nach einer dritten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung,

Fig. 5 einen schematischen Aufbau der Schichtstruktur des Monochromators nach einem vierten Ausführungsbeispiel der vorliegenden Erfindung,

Fig. 6 eine schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung nach einer weiteren Ausführungsform der Erfindung,

Fig. 7 eine schematische Darstellung der Vorrichtung nach einem weiteren Ausführungsbeispiel der vorliegenden Erfindung und

Fig. 8 ein Diagramm mit der Darstellung des Funktionsverlaufs der Intensität der Si-K-Fluoreszenzstrahlung in Abhängigkeit von dem Einfallswinkel 0.

In Fig. 1 ist in schematischer Darstellung die Vorrichtung zur Bestrahlung von Proben unter streifendem Einfall mit monochromatischer Röntgen- oder Neutronenstrahlung für die Röntgenfluoreszenzanalyse bzw. Neutronenaktivierungsanalyse dargestellt. Die mit 1 bezeichnete Strahlungsquelle ist eine Röntgenröhre bzw. eine Neutronenquelle, die beispielsweise ein Reaktor oder auch eine Isotopenquelle sein kann. Mit 4 ist die zu untersuchende Probe, beispielsweise eine zu untersuchende Silizium-Scheibe, bezeichnet. Oberhalb der Probe ist der Meßaufnehmer 6, beispielsweise ein Halbleiterdetektor für Röntgen- bzw. Gammaskopimetrie, angeordnet, dem eine Streustrahlenblende 5 vorgeschaltet ist. Im Strahlengang des Strahls 10, der ein Röntgen- bzw. Neutronenstrahl sein kann, sind nach der Strahlungsquelle 1 eine Blende 9, ein Monochromator 8 und eine Blende 7 nachgeschaltet. Der Winkel  $\phi$  ist der Beugungswinkel an der Monochromatoreinheit, während der in Fig. 1 angezeichnete Winkel  $\Theta$  den Einfallswinkel der Strahlung auf die Probe bezeichnet.

Aus Fig. 2a ist der schematische Gesamtaufbau des Monochromators nach einer ersten Lösung der vorliegenden Erfindung dargestellt, der aus einer Schichtstruktur auf einem Kristallsubstrat besteht. In dieser Figur ist mit 1' die eine Schicht- und mit 2' die andere Schicht des Schichtpaares bezeichnet. Die gesamte Schichtstruktur ist mit 3' und das Kristallsubstrat mit 4' bezeichnet.  $d_M$  zeigt die Periodizitätslänge der Schichtstruktur und  $d_S$  bezeichnet die Periodizitätslänge des Kristallsubstrats. Mit  $d_{M1,2}$  ist die Dicke der Schicht 1' bzw. 2' bezeichnet. N gibt die Anzahl der Schichtpaare wider. Mit z ist die Tiefenkoordinate bezeichnet.

In Fig. 2b ist der schematische Aufbau der Schichtstruktur 3' des Monochromators gem. der Fig. 2a näher dargestellt. Dabei ist mit 5' ein inkohärenter Multilayer angedeutet. In 6' ist eine Legierung mit modulierter Zusammensetzung (composition modulated alloy) dargestellt. Schließlich betrifft 7' ein Supergitter (epitaktische Schichtfolgen). Diese drei nebeneinander dargestellten Schichtstrukturen geben also alternative Ausführungsformen für die erfindungsgemäße Schichtstruktur des Monochromators wieder.

Fig. 3 zeigt den schematischen Gesamtaufbau eines Monochromators nach einer zweiten Lösung der vorliegenden Erfindung. Hier ist die Schichtstruktur mit lateraler Periodizität auf einem Kristallsubstrat dargestellt. Die Schichtstruktur besteht in dem hier dargestellten Ausführungsbeispiel aus sequentiell aufgewachsenem AlAs und GaAs.  $d_{ML}$  bezeichnet die laterale bzw. normale Periodizitätslänge der Schichtstruktur. Mit  $d_S$  ist wiederum die Periodizitätslänge des Kristallsubstrats angegeben. Die Richtung (100) bezeichnet die Orientierung des Kristallsubstrats. Für das Wachstum lateraler periodischer Strukturen ist eine Fehlorientierung der Oberfläche des Kristallsubstrats erforderlich.

Fig. 4 zeigt den schematischen Aufbau des Monochromators nach einer weiteren Lösung der vorliegenden Erfindung. Hier sind nebeneinander Interkalate auf Graphitbasis der Stufe 1, 2 und 3 dargestellt. Hierbei ist mit d die Periodizitätslänge des Interkalats bezeichnet. Diese Größe entspricht der Periodizitätslänge  $d_M$  in der Beschreibung des Monochromatortyps gemäß der ersten Lösung der vorliegenden Erfindung.  $d_c$  gibt die Periodizitätslänge der ungestörten Graphitlagen an. Diese Größe entspricht bei Interkalaten höherer Stufe der Periodizitätslänge  $d_S$  in der Beschreibung des Monochromatortyps gemäß der ersten Lösung der Erfindung.

In Fig. 5 ist der schematische Aufbau der Schichtstruktur des Monochromators nach einer vierten Lösung der vorliegenden Erfindung angegeben. Hierbei handelt es sich um einen elektrisch umschaltbaren Monochromator für die Monochromatisierung von Spin-polarisierten Neutronen. Mit 1'' ist die unmagnetische Schicht 1 gekennzeichnet. 2'' bezeichnet die ferromagnetische Schicht 2. Die Schicht 3, welche mit 3'' gekennzeichnet ist, ist unmagnetisch und zu der Schicht 1 identisch. Mit 4'' ist wiederum eine unmagnetische Schicht 4 bezeichnet.  $d_1, 2, 3$  geben die Dicken der Schichten 1 bis 4 an. Neben dem Schichtaufbau ist diagrammartig der Brechungsindex für Spin-polarisierte Neutronen für ein ausgeschaltetes Magnetfeld H und ein eingeschaltetes Magnetfeld H gegenübergestellt. Dabei ist mit  $n_{H=0}$  der Brechungsindex für das ausgeschaltete Magnetfeld H und mit  $n_H$ ,  $H \neq 0$  der Brechungsindex für das eingeschaltete Magnetfeld H bezeichnet.  $d_{H=0}$  gibt die Periodizitätslänge bei ausgeschaltetem Magnetfeld H und  $d_{H \neq 0}$  gibt die Periodizitätslänge bei eingeschaltetem Magnetfeld H wieder. z ist die Tiefenkoordinate der Schichtstruktur. Hier ist also schematisch die Ausführungsform eines Neutronenmonochromators gezeigt, der eine Steuermöglichkeit durch ein externes magnetisches Feld besitzt. Bei diesem Monochromator ist jede Periode aus vier Einzelschichten aufgebaut. Schicht 1 und 3 sind aus identischem unmagnetischem Material mit dem Brechungsindex  $n_{H=0} = n_{H \neq 0}$  aufgebaut. Schicht 4 ist ebenfalls unmagnetisch mit dem Brechungsindex  $n_{H=0} = n_{H \neq 0}$ . Zwischen Schicht 1 und 3 befindet sich die ferromagnetische Schicht 2, deren Brechungsindex ohne Magnetfeld  $n_{H=0} = n_{H \neq 0}$  ist und mit sättigendem Magnetfeld für Spin-polarisierte Neutronen  $n_{H \neq 0} = n_{H=0}$ . Durch Einschalten des äußeren Magnetfeldes  $H \neq 0$  und Ausschalten  $H = 0$  läßt sich die Periodizitätslänge der Schichtstruktur für Spinpolarisierte Neutronen zwischen  $d_{H \neq 0}$  und  $d_{H=0}$  umschalten. Im gezeigten Beispiel beträgt  $d_{H=0} = 2 \times d_{H \neq 0}$ . Ist der Beugungswinkel durch Blenden festgelegt,



so kann auf diese Weise das anregende Neutronenspektrum durch elektrisches Umschalten geändert werden.

Fig. 6 zeigt eine bevorzugte Ausführungsform für eine Analysenvorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung, wie sie in Anspruch 16 beansprucht ist. Hier sind verglichen zur Ausführungsform gemäß Fig. 1 dieselben Vorrichtungsteile mit denselben Bezugsziffern versehen, so daß insoweit auf die dortige Erläuterung verwiesen werden kann. Bei dieser Vorrichtung ist der Monochromator in der Mitte zwischen Anodenfokus 11 der Röntgenröhre und dem Auftreffpunkt 3 der Strahlung auf der Probe so positioniert, daß die Monochromatoroberfläche parallel zur Verbindungslinie 2 zwischen Anodenfokus 11 und Probenauftrittspunkt 3 ausgerichtet ist und der Abstand  $t$  der Monochromatoroberfläche von dieser Verbindungslinie 2 justierbar ist.

Gemäß der weiteren Ausführungsform nach Fig. 7, in der wiederum gleiche Vorrichtungsteile und Geometrien mit denselben Bezugsziffern bzw. Zeichen versehen sind, sind jeweils Röhre und der Monochromator so zueinander angeordnet, daß bei Vergrößerung des Abstandes  $t$ , d. h. bei größeren Beugungswinkel  $\Phi$  der Abgriffwinkel von der Anodenoberfläche  $\Omega$  ebenfalls vergrößert wird.

Anhand der Fig. 8 kann das Verfahren zur Bestimmung des Einfallwinkels, wie es in den Ansprüchen 20 und 26 beansprucht wurde, erläutert werden. Hier ist die Intensität der Si-K $\alpha$ -Fluoreszenzstrahlung des Silizium-Substrats in Abhängigkeit des Einfallwinkels  $\Theta$  dargestellt. Der Wendepunkt der Meßkurve wird gleich dem Totalreflektionsgrenzwinkel  $\Theta_c$  gesetzt, wie er sich aus der Theorie ergibt. Hierdurch wird eine Festlegung des Einfallswinkelnullpunkts ermöglicht, so daß der Einfallswinkel des Strahls auf die Probe justiert werden kann.

#### Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenz- (TRFA) oder Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA), bei der die glatte ebene Oberfläche einer Probe oder Dünnschicht auf einer Probe durch die einfallende Röntgen- bzw. Neutronenstrahlung angeregt wird und die emittierte Röntgenfluoreszenzstrahlung bzw. Gammastrahlung spektral erfaßt wird, im wesentlichen bestehend aus einer Strahlungsquelle, einem Monochromator, einer Streustrahlenblende und einem Meßaufnehmer, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator (8) Schichtstrukturen mit normaler Periodizität auf einem Kristallsubstrat aufweist.
2. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator (8) aus einer Schichtstruktur mit einem großen Sprung im Brechungsindex inkohärenter Multilayer auf einem Kristallsubstrat mit hoher Reflektivität besteht, wobei die Periodizitätslänge des Substrats  $d_s$  und der Schichtstruktur  $d_M$  so aufeinander abgestimmt sind, daß simultan zwei monochromatische Spektralanteile auf die Probe gerichtet werden können, um schwere und leichte Elemente optimal anregen zu können.
3. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Schichtstruktur des Monochromators (8) aus  $W/B_4C$ ,  $W/C$ ,  $W/Si$ ,  $Mo/B_4C$ ,  $Mo/C$  oder  $Mo/Si$  und das Kristallsubstrat mit hoher Reflektivität sowie mechanischer und chemischer Stabilität aus  $Si$ ,  $Ge$ ,  $GaAs$ ,  $LiF$  oder Graphit bestehen.
4. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator (8) aus einem Supergitter normal zur Substratoberfläche oder einer Legierung mit modulierter Zusammensetzung auf einem Kristallsubstrat besteht, wobei die Periodizitätslänge des Substrates  $d_s$  und der Schichtstruktur  $d_M$  so aufeinander abgestimmt sind, daß simultan zwei monochromatische Spektralanteile auf die Probe gerichtet werden können, um schwerere und leichtere Elemente optimal anzuregen.
5. Meßvorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Supergitter aus  $Si/Ge$ ,  $(Al, Ca, In)(N, P, As)/GaAs$  oder  $(Al, Ca, In)(N, P, As)/InP$  besteht.
6. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Legierung mit modulierter Zusammensetzung aus  $Nb/Ta$  oder  $Cu/Ni$ .
7. Vorrichtung zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator (8) aus einer Schichtstruktur mit einem hohen Sprung im Brechungsindex für Neutronen auf einem Kristallsubstrat besteht (kohärenter Multilayer).
8. Vorrichtung zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Schichtstruktur aus  $Ni/Mn$  oder  $Ni/Ti$  besteht.
9. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenz- (TRFA) oder Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA), bei der die glatte ebene Oberfläche einer Probe oder Dünnschicht auf einer Probe durch die einfallende Röntgen- bzw. Neutronenstrahlung angeregt wird und die emittierte Röntgenfluoreszenzstrahlung bzw. Gammastrahlung spektral erfaßt wird, im wesentlichen bestehend aus einer Strahlungsquelle, einem Monochromator, einer Streustrahlenblende und einem Meßaufnehmer, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator (8) Schichtstrukturen mit normaler und lateraler Periodizität auf einem Kristallsubstrat aufweist.
10. Vorrichtung für die Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator (8) aus einem Supergitter das beispielsweise aus  $AlAs/GaAs$ ,  $GaAs/GaAs_{1-x}Sb_x$  zusammengesetzt ist, mit normaler und lateraler Periodizität auf einem Kristallsubstrat, das beispielsweise aus  $GaAs$  gebildet ist, besteht, wobei die Periodizitätslänge des Substrats  $d_s$  und der Schichtstruktur  $d_M$  so aufeinander abgestimmt sind, daß simultan zwei monochromatische Spektralanteile auf die Probe gerichtet werden können, um schwerere und leichtere Elemente optimal anzuregen.
11. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenz- (TRFA) oder Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA), bei der die glatte ebene Oberfläche einer Probe oder Dünnschicht auf einer Probe durch die einfallende Röntgen- bzw. Neutronenstrahlung angeregt wird und die emittierte Röntgenfluoreszenzstrahlung bzw. Gammastrahlung erfaßt wird, im wesentlichen bestehend aus einer Strahlungsquelle, einem Monochromator, einer Streustrahlenblende und einem Meßaufnehmer, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator aus einem

Interkalat besteht.

12. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß im Interkalat die Periodizitätslänge des Substrats  $d_s$  und der Schichtstruktur  $d_M$  so aufeinander abgestimmt sind, daß simultan zwei monochromatische Spektralanteile auf die Probe gerichtet werden können, um

5 schwerere und leichtere Elemente optimal anzuregen.  
13. Vorrichtung zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA), bei der die glatte ebene Oberfläche einer Probe oder Dünnschicht auf einer Probe durch die einfallende Neutronenstrahlung angeregt wird und die emittierte Gammastrahlung spektral erfaßt wird, im wesentlichen bestehend aus einer Strahlungsquelle, einem Monochromator, einer Streustrahlenblende und einem Meßaufnehmer, dadurch gekennzeichnet, daß

10 der Monochromator (8) aus Schichtstrukturen mit ferromagnetischen Schichten für Neutronen besteht.  
14. Vorrichtung zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator (8) aus einer Schichtstruktur mit einer ferromagnetischen und einer unmagnetischen Schicht, beispielsweise aus Fe/Ge in einem externen sättigendem Magnetfeld zur Erzeugung von Spin-polarisierten monochromatischen Neutronen besteht.

15 15. Vorrichtung für die Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA), dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator (8) eine Schichtstruktur mit einer Periode aus vier Einzelschichten besitzt, wobei bei mindestens in einer Schicht der Brechungsindex für Spin-polarisierte Neutronen durch ein externes Magnetfeld verändert werden kann.

16. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator (8) in der Mitte zwischen dem Anodenfokus der Röntgenröhre (1) und dem Auftreffpunkt (3) des Strahls (10) auf der Probe (4) so positioniert ist, daß die Monochromatoroberfläche parallel zur Verbindungslinie (2) zwischen Anodenfokus (11) und Probenauftrittspunkt (3) ausgerichtet ist und der Abstand (t) der Monochromatoroberfläche von dieser Verbindungslinie (2) justierbar ist (Fig. 6).

17. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Röhre (1) und der Monochromator (8) so zueinander angeordnet sind, daß bei Vergrößerung des Abstands (t), d. h. bei größeren Beugungswinkeln  $\phi$  der Abgriffwinkel von der Anodenoberflächen ebenfalls vergrößert wird (Fig. 7).

18. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, daß verschiedene Monochromatoren (8) mit verschiedenen Abständen (t) in den Strahlengang (10) fahrbar sind.

19. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Raum zwischen Probe (4) und dem Halbleiterdetektor (6) evakuiert oder mit Stickstoff, Helium oder Wasserstoff geflutet werden kann.

20. Verfahren zur Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) unter Verwendung einer Vorrichtung gemäß einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Wendepunkt im Verlauf des Fluoreszenzsignals des Probensubstrats Intensität ( $\Theta$ ) benutzt wird, um den Einfallswinkel  $\Theta$  auf die Probe zu bestimmen.

21. Vorrichtung zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Monochromator in der Mitte zwischen der Strahlungsquelle, z. B. dem Reaktorquellpunkt, und dem Auftreffpunkt des Strahls auf der Probe so positioniert ist, daß die Monochromatoroberfläche parallel zur Verbindungslinie zwischen Reaktorquellpunkt und Probenauftrittspunkt ausgerichtet ist und der Abstand der Monochromatoroberfläche von dieser Verbindungslinie justierbar ist.

22. Vorrichtung zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß verschiedene Monochromatoren (8) mit verschiedenen Abständen (t) in den Strahlengang fahrbar sind.

23. Vorrichtung zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Laborneutronenquelle (Isotopenquelle) die Neutronenstrahlung liefert.

24. Verfahren zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) unter Verwendung einer Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Probe in der Vorrichtung nur aktiviert wird und daß die Analyse anschließend an einem gesonderten Ort mit einem Gammaspektrometer erfolgt.

25. Verfahren zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) unter Verwendung einer Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die prompte Neutronenaktivierung während der Bestrahlung mittels eines dicht über der Probe angeordneten Spektrometers unmittelbar gemessen wird.

26. Verfahren zur Neutronenaktivierungsanalyse (TNAA) nach Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, daß anhand der Einfallswinkelabhängigkeit der prompten Gammastrahlung des Probensubstrats der Einfallswinkel der Neutronen auf die Probe justiert wird.

Hierzu 9 Seite(n) Zeichnungen.



— Leerseite —

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Fig. 1

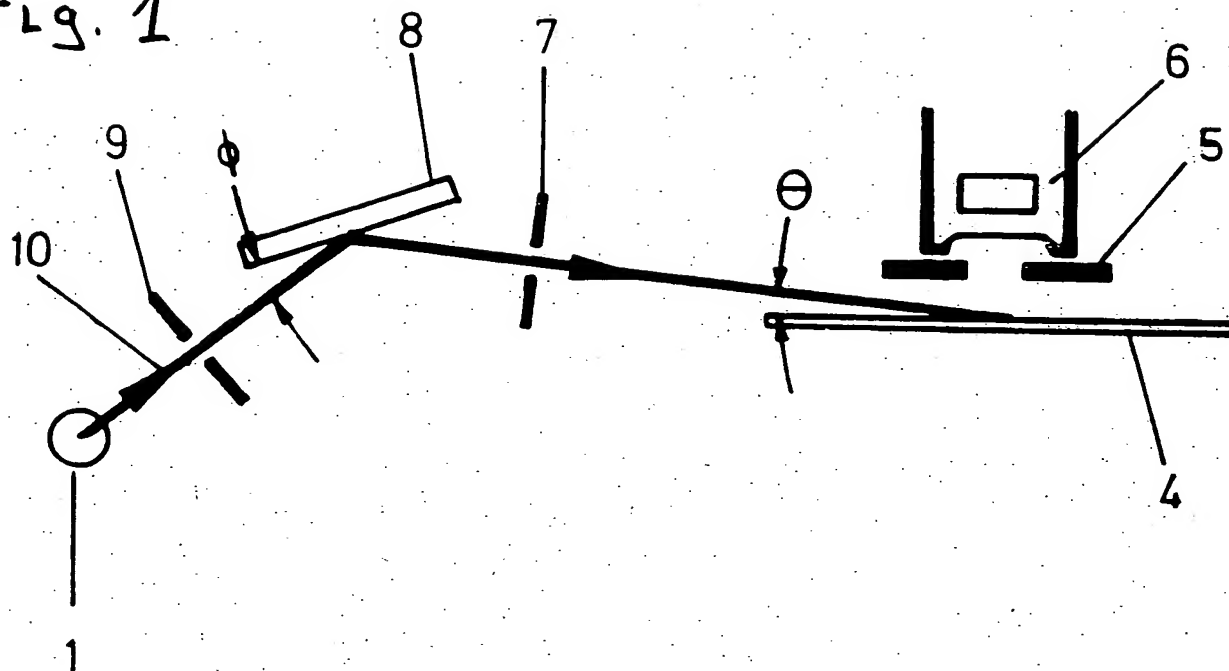


Fig. 2a

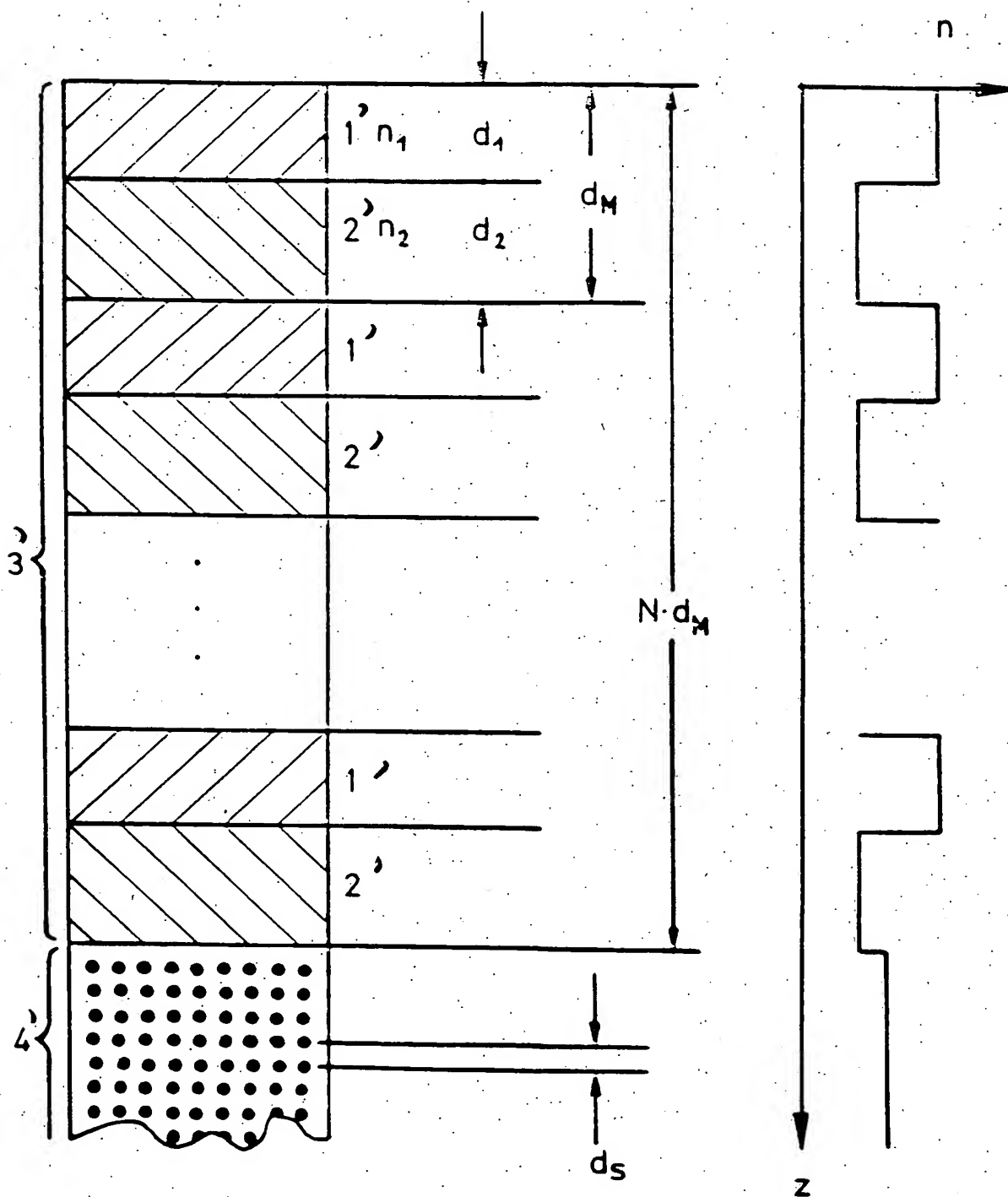


Fig. 2b

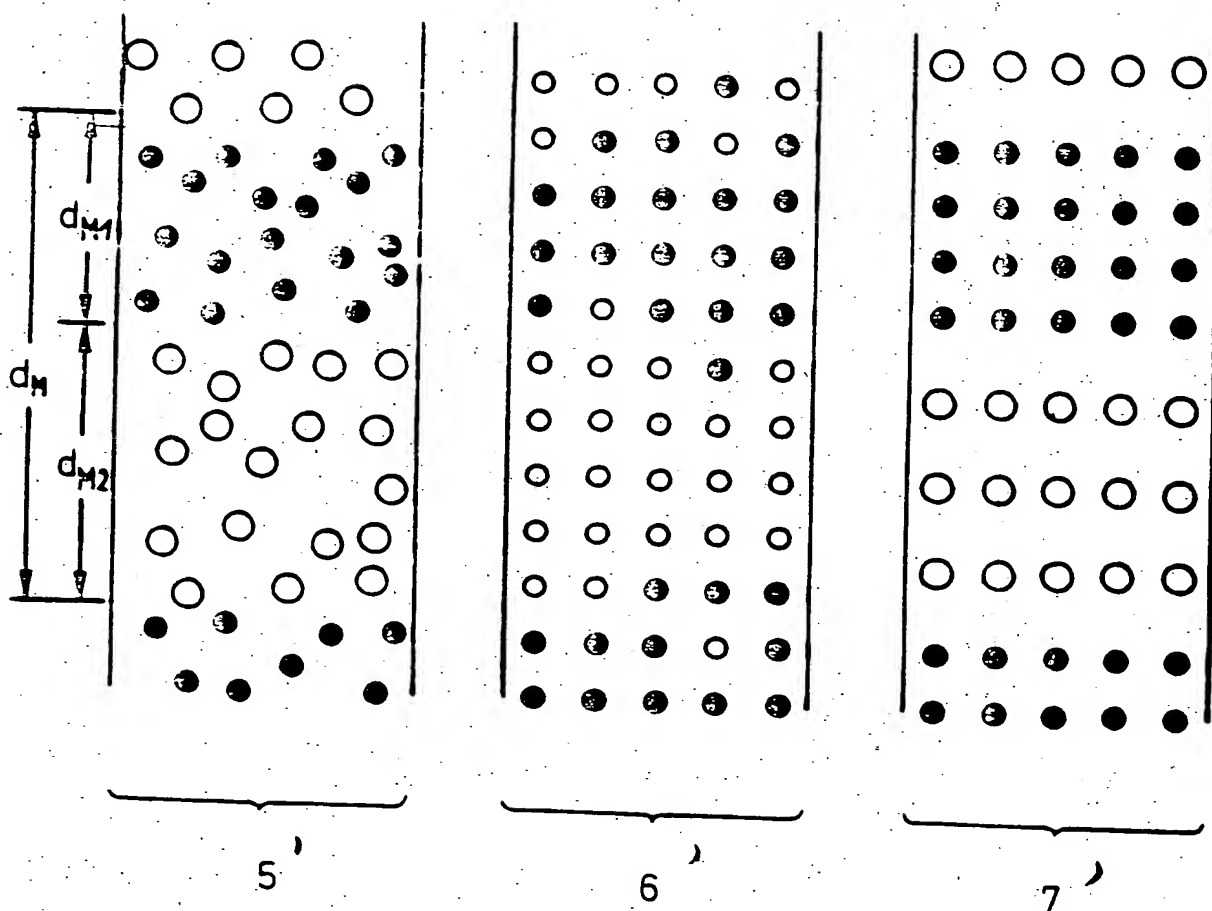


Fig. 3

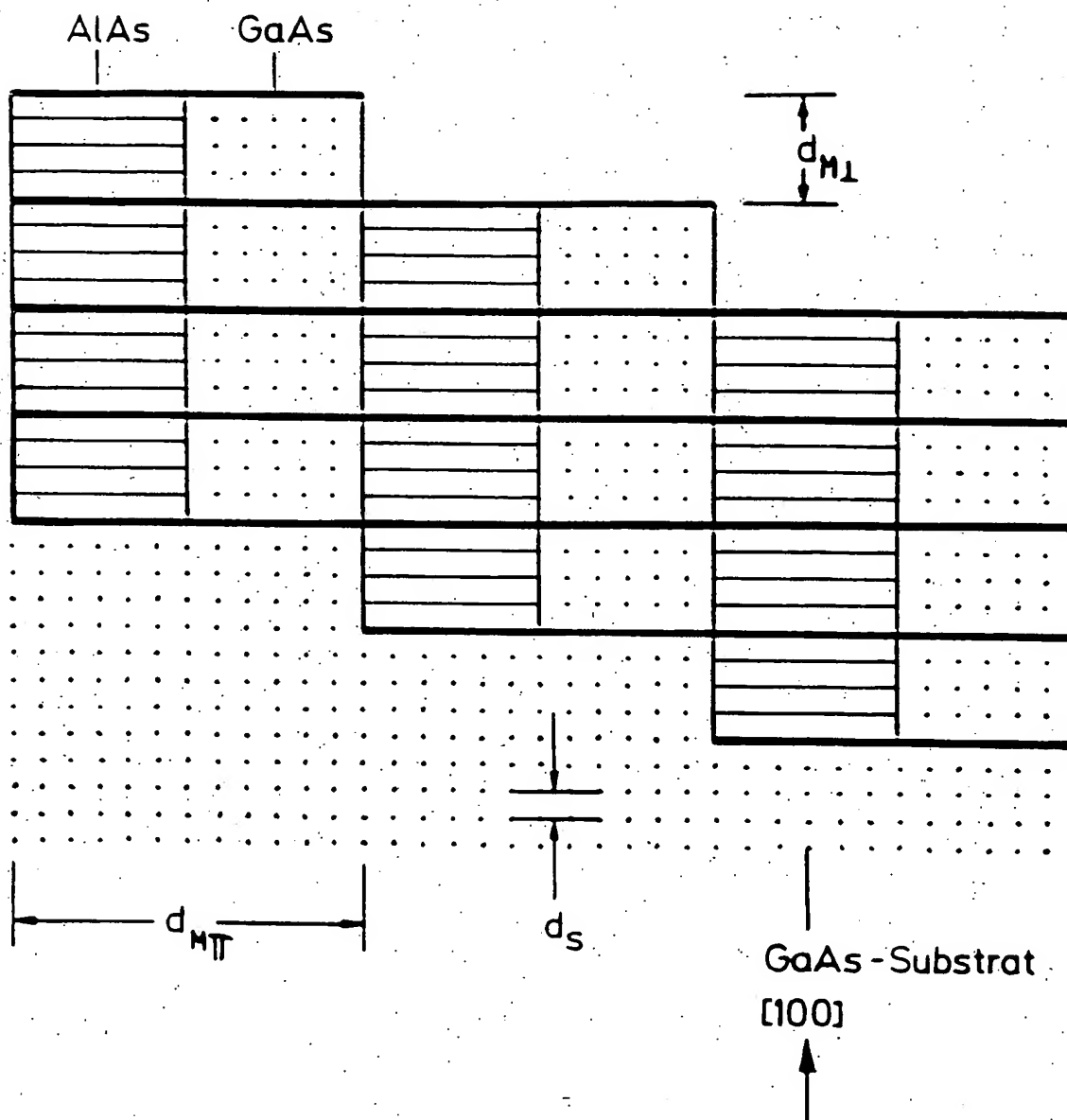
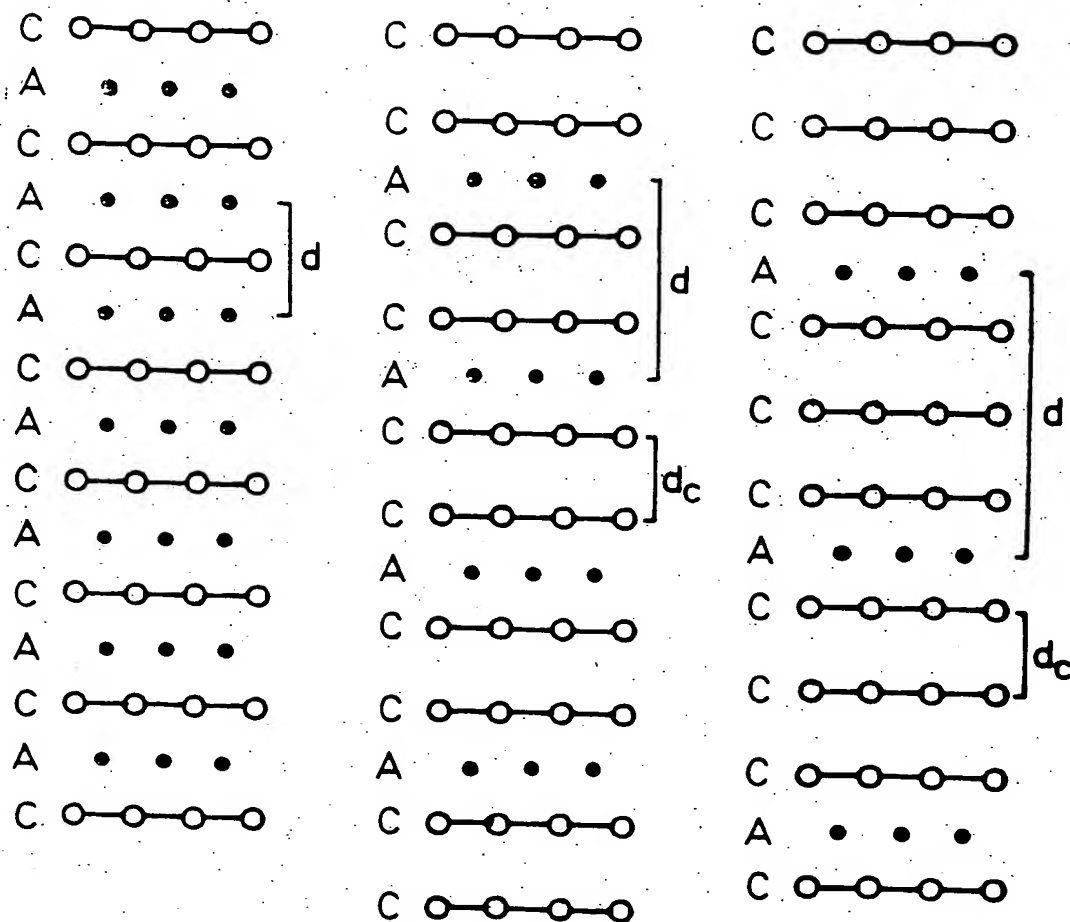


Fig. 4



Stufe 1

2

3

C ○—○—○—○ Graphitschicht  
A • • • Interkalatschicht



Fig. 5

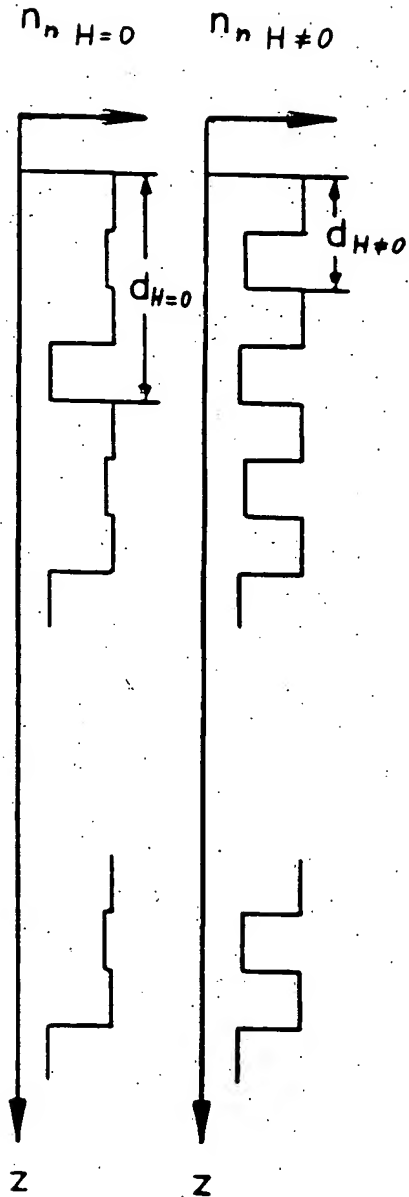
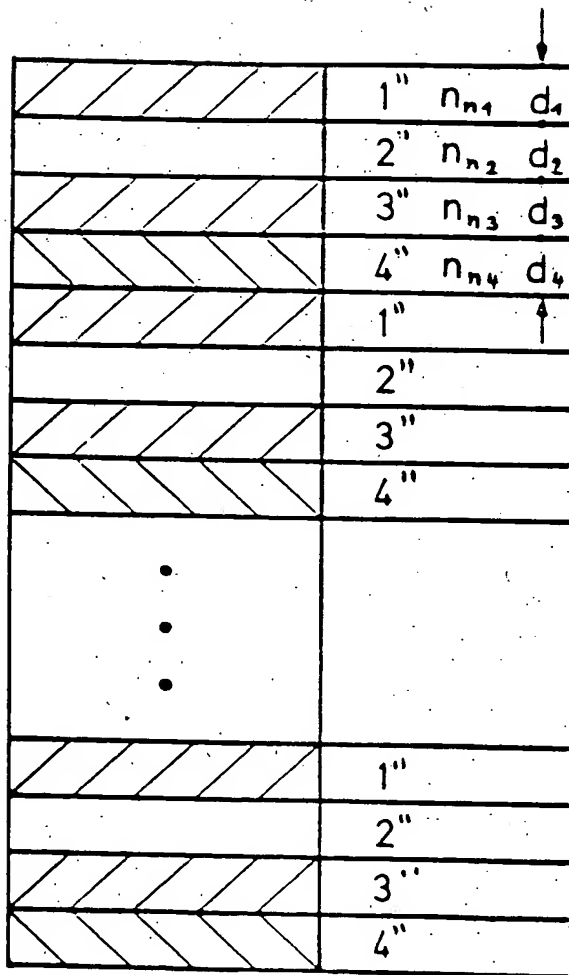


Fig. 6

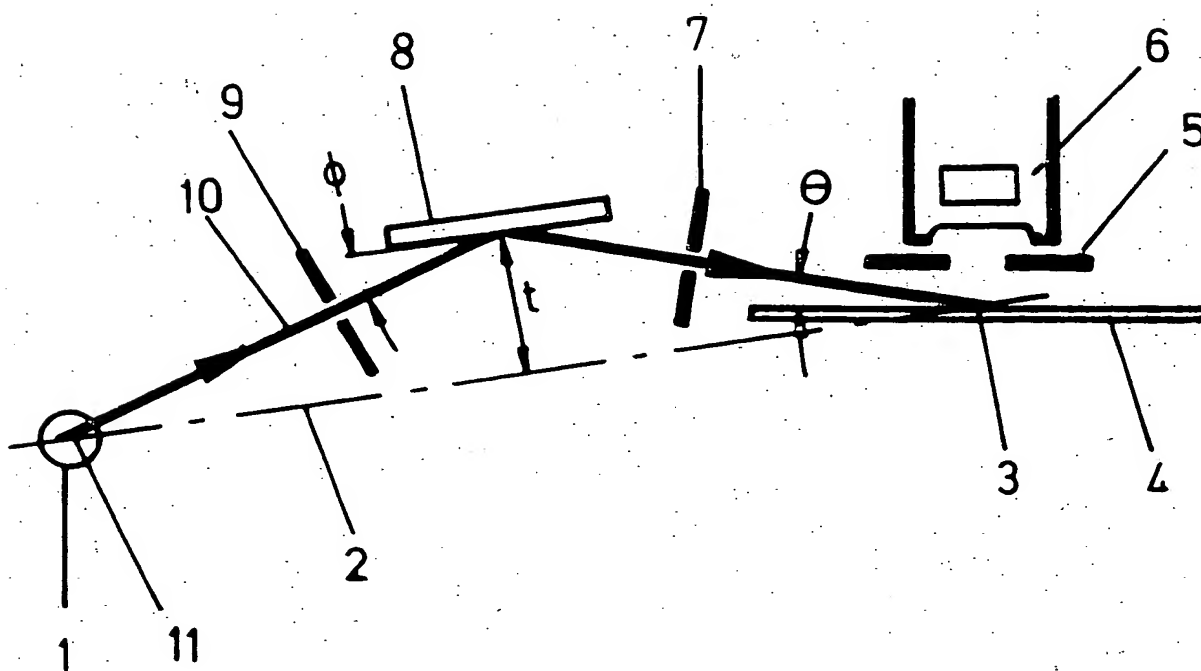


Fig. 7

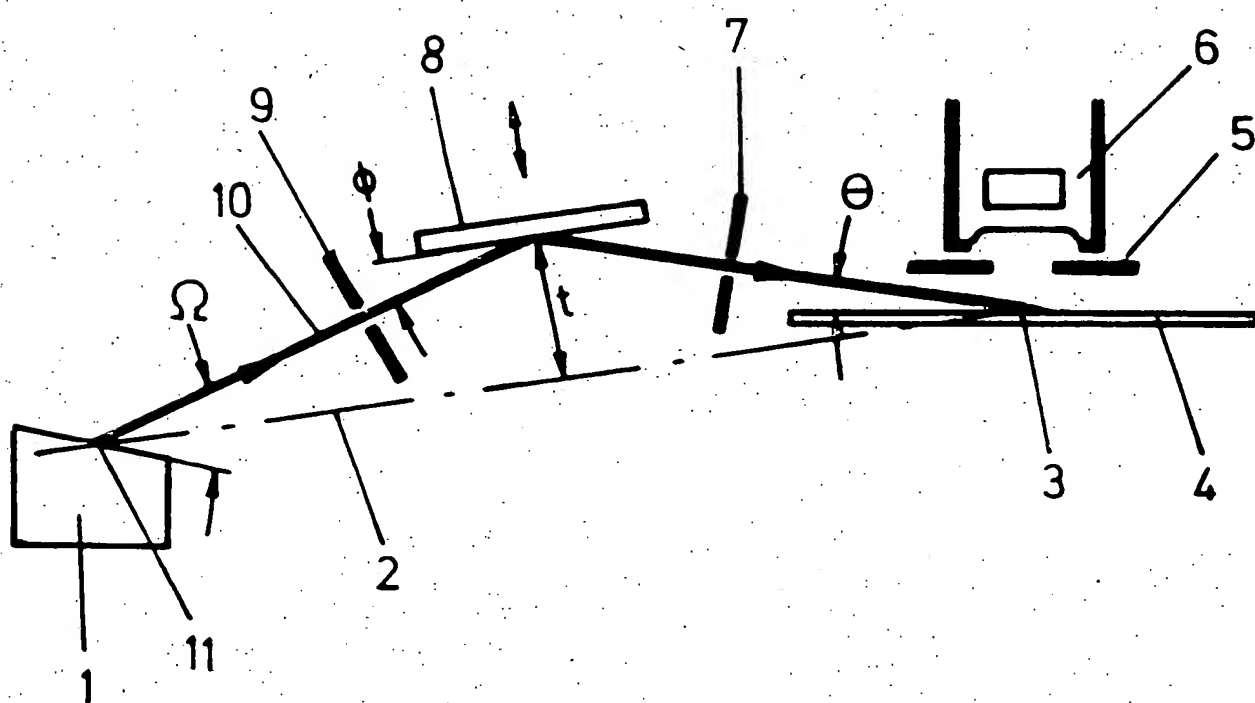
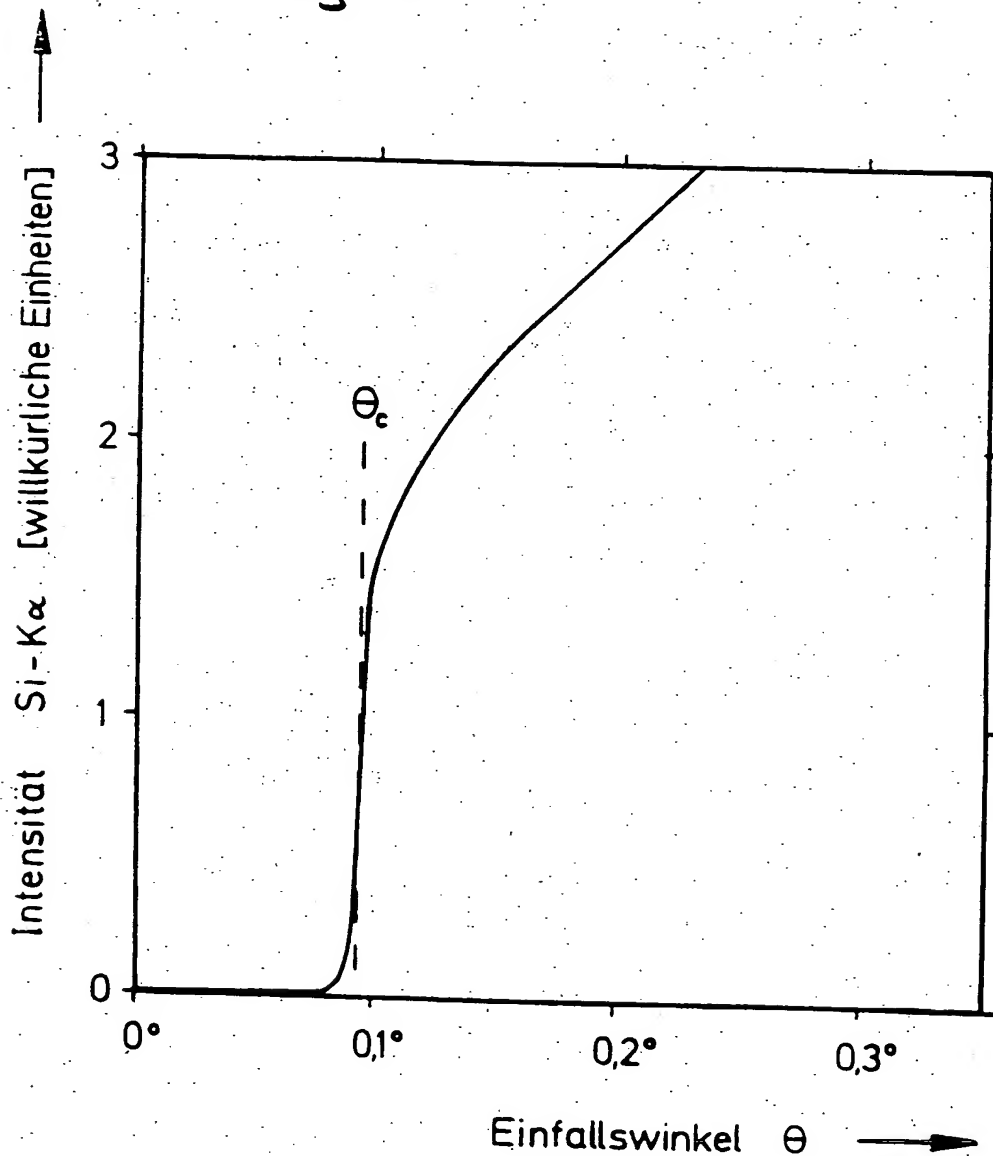


Fig. 8



1/9/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI  
(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

009246959 \*\*Image available\*\*  
WPI Acc No: 1992-374376/\*199246\*  
XRAM Acc No: C92-166137  
XRPX Acc No: N92-285350

Device for X-ray fluorescence and neutron activation analysis - with a  
monochromator comprising a multilayer structure on a crystal substrate

Patent Assignee: PICOLAB OBERFLAECHEN & SPURENANALYTIK (PICO-N)

Inventor: HUBER A

Number of Countries: 001 Number of Patents: 004

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE 4127778	A	19921105	DE 4127778	A	19910822	199246 B
DE 4143530	A1	19940825	DE 4127778	A	19910822	199433
			DE 4143530	A	19910822	
DE 4127778	C2	19941103	DE 4127778	A	19910822	199442
DE 4143530	C2	19950209	DE 4127778	A	19910822	199510
			DE 4143530	A	19910822	

Priority Applications (No Type Date): DE 4114205 A 19910430

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
DE 4127778	A	18		G01N-023/223	
DE 4143530	A1			G01N-023/223	Div ex application DE 4127778 Div ex patent DE 4127778
DE 4127778	C2	14		G01N-023/223	Div in patent DE 4143530
DE 4143530	C2	11		G01N-023/222	Div ex application DE 4127778 Div ex patent DE 4127778

Abstract (Basic): DE 4127778 A

A device is disclosed for X-ray fluorescence or neutron activation analysis, in which the smooth plane of a sample or a thin film on a sample is excited by the incident X-rays or neutrons and the emitted X-ray fluorescence or gamma radiation is spectrally recorded. The device essentially comprises a radiation source, a monochromator, a scattered radiation diaphragm and a measuring device. The monochromator has layer structures with a normal periodicity on a crystal substrate. Four variants are also claimed for a process of neutron activation using the device. The features of these are: 1. the neutrons are supplied by a laboratory neutron source. 2. the sample in the device is merely activated, and analysis is performed in a separate location using a gamma ray spectrometer. 3. the prompt neutron activation during activation is measured directly using a spectrometer sited immediately above the sample. 4. the angle of incidence of the neutrons on the sample is adjusted by means of the dependence of the gamma radiation on the angle of incidence.

USE/ADVANTAGE - The device is claimed to be suitable for the series analysis (in industrial) production) of elements selected as being important to the mfg. process, whilst maintaining the optimum conditions for analysis.

Dwg.1/8

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



Abstract (Equivalent): DE 4143530 C

Analysis system is for analysing neutron activity, with which a sample is excited by the incident neutron radiation. The emitted gamma radiation is then spectrally determined. The system consists of a radiation source (1), a monochromator (8) with layer structures having standard periodicity arranged on a crystal substrate, an anti-diffusion screen and a measurement pick-up.

The neutron beam (10) is aligned with oblique incidence on the smooth flat surface of the sample (4) or a thin layer on the sample. So that the sample surface or the layer is excited under total reflection conditions. The monochromator consists of a layer structure with a high jump in the refractive index for neutrons on a crystal substrate (coherent multilayer).

USE/ADVANTAGE - Esp. for series analysis with regard to selected elements, e.g. those esp. critical for a prodn. process, suitable for laying down of optimum analysing conditions.

Dwg.1/6

DE 4127778 C

An arrangement for total reflection X-ray fluorescence analysis, includes exciting the flat planar surface of a sample with X-rays from an X-ray source, a monochromator comprises a layer structure, a scattered ray screen and a measurement unit. The layer structure is located on a crystal substrate of high reflectivity. The periodicity length of the substrate and the layer structure are matched so that two monochromatic spectral components can be directed onto the probe simultaneously.

ADVANTAGE - The arrangement is efficient and reliable.

Dwg.0/7

Title Terms: DEVICE; X-RAY; FLUORESCENT; NEUTRON; ACTIVATE; ANALYSE; MONOCHROMATOR; COMPRISE; MULTILAYER; STRUCTURE; CRYSTAL; SUBSTRATE

Derwent Class: J04; K08; S03; U11; U12; X14

International Patent Class (Main): G01N-023/223

International Patent Class (Additional): G01N-023/222; G21K-001/06;

H05G-001/00; H05H-003/06

File Segment: CPI; EPI

Manual Codes (CPI/A-N): J04-C04; K08-A; K08-E

Manual Codes (EPI/S-X): S03-E06D; U11-F01A9; U12-A03; X14-G

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**